

**Abstract of DE3129379**

A precipitated dye or dye intermediate is filtered off as preliminary product and washed. The preliminary product is then chemically converted to the end product in a further reaction stage. The conversion to the end product takes place without intermediate stage, in the fixed bed of the preliminary product formed in the course of the filtration. The conversion to the end product is thus carried out directly in the filtration apparatus. The process is particularly suitable for preparing dinitro compounds of anthraquinone dyes, which are then converted directly in the filtration apparatus to corresponding diamido compounds

11/4 5051

⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑪ DE 31 29 379 A1

- ⑳ Aktenzeichen:  
㉔ Anmeldetag:  
㉕ Offenlegungstag:

P 31 29 379.4  
25. 7. 81  
10. 2. 83

⑤① Int. Cl. 3:  
C 09 B 57/00  
C 09 B 1/20  
C 09 B 67/54  
B 01 J 8/02

⑦① Anmelder:  
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

⑦② Erfinder:  
Hoffmann, Helmut, Dipl.-Ing., 5000 Köln, DE; Tholema,  
Edzard, Dr., 5068 Odenthal, DE; Beinert, Werner, Dr., 5090  
Leverkusen, DE

DE 31 29 379 A 1

Behördeneigentlich

⑤④ Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion bei der Herstellung von Farbstoffen oder Farbstoffzwischenprodukten

Ein ausgefällter Farbstoff oder Farbstoffzwischenprodukt wird als Vorprodukt abfiltriert und gewaschen. Anschließend wird das Vorprodukt in einer weiteren Reaktionsstufe chemisch zum Endprodukt umgesetzt. Die Umsetzung zum Endprodukt erfolgt ohne Zwischenstufe in dem bei der Filtration gebildeten Festbett des Vorproduktes. Die Umsetzung zum Endprodukt wird also direkt im Filtrationsapparat durchgeführt. Das Verfahren ist besonders geeignet zur Herstellung von Dinitroverbindungen von Anthrachinonfarbstoffen, die dann im Filtrationsapparat direkt zu entsprechenden Diamidoverbindungen umgesetzt werden. (31 29 379)

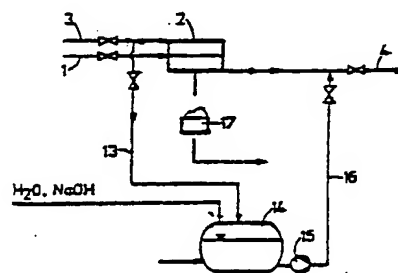


FIG. 2

DE 31 29 379 A 1

25.11

- 8 -

Patentansprüche

1. Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion,  
bei dem ein ausgefällter Farbstoff oder Farbstoff-  
zwischenprodukt als Vorprodukt abfiltriert und ge-  
waschen wird und das Vorprodukt in einer weiteren  
Reaktionsstufe chemisch zum Endprodukt umgesetzt  
wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung  
zum Endprodukt ohne Zwischenstufe in dem bei der  
Filtration gebildeten Festbett des Vorproduktes  
durchgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Filterkuchen für den Umsatz zum Endprodukt  
in der Filtereinrichtung von unten her durch den  
Ablaufkanal mit der Reaktionslösung geflutet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß die Reaktionslösung im Kreislauf  
durch den Filterkuchen geführt wird.
4. Verwendung des Verfahrens nach Anspruch 1 bis 3  
zur Herstellung von Anthrachinonfarbstoffzwischen-  
produkten durch Umsetzung von Dinitroverbindungen  
zu entsprechenden Diamidoverbindungen.

25.07.81  
2

BAYER AKTIENGESSELLSCHAFT 5090 Leverkusen, Bayerwerk

Zentralbereich  
Patente, Marken und Lizenzen Ki-by-c

24. Juli 1981

Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion  
bei der Herstellung von Farbstoffen oder Farbstoff-  
zwischenprodukten

---

Die Erfindung geht aus von einem chemischen Verfahren,  
bei dem ein ausgefällter Farbstoff oder Farbstoff-  
zwischenprodukt als Vorprodukt abfiltriert und ge-  
waschen wird und das Vorprodukt in einer weiteren  
5 Reaktionsstufe chemisch zum Endprodukt umgesetzt wird.

Bei der Farbstoffherstellung fallen häufig Vor-  
produkte in fester Form an, die durch Ausfällung und  
Filtration gewonnen werden. Zu diesem Zweck wird die  
flüssige Phase z.B. in einer Filterpresse abfiltriert.  
10 In den meisten Fällen schließt sich noch ein Waschvor-  
gang an. Dabei wird der Filterkuchen mit einer Wasch-  
flüssigkeit behandelt. Mit dem abfiltrierten und ge-  
waschenen Vorprodukt werden dann weitere Reaktionen  
durchgeführt. Üblicherweise wird zur Durchführung des  
15 nächsten Reaktionsschrittes der feuchte Filterkuchen  
aus dem Filtrationsapparat entnommen und in einen  
Reaktor gebracht, in dem der Feststoff wieder in einer  
Flüssigkeit suspendiert und durch ein Rührwerk fein-  
verteilt wird. Nach der Umsetzung an dem ungelösten

250781

3

- 2 -

suspendierten Feststoff ist eine erneute Abtrennung der flüssigen Phase mit einem Filtrationsapparat notwendig. Nachteilig an diesem Verfahren ist das zweimalige Suspendieren des Filterkuchens und die zweimalige Trennung von fester und flüssiger Phase sowohl beim Vorprodukt als auch beim Endprodukt. Damit verbunden sind ein hoher apparativer Aufwand und hohe Betriebskosten. Außerdem können Produktverluste entstehen und Zeitverzögerungen im Produktionsablauf auftreten.

- 10 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das oben beschriebene Verfahren zu verkürzen und zu rationalisieren.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Umsetzung zum Endprodukt ohne Zwischensuspendierung in dem bei der Filtration gebildeten Festbett des Vorproduktes durchgeführt wird. Die Umsetzung zum Endprodukt wird also direkt im Filtrationsapparat durchgeführt. Die erneute Suspendierung kann entfallen. Überraschenderweise kann die bisher im Reaktor in der Suspension durchgeführte Reaktion in das Festbett des Filterkuchens verlegt werden. Es war nicht zu erwarten, daß trotz der im Festbett herrschenden ungünstigen Strömungs- und Diffusionsverhältnisse etwa der gleiche chemische Umsatz erzielt werden kann wie vorher im Rührwerksreaktor mit dem feinverteilten, suspendierten Produkt.

- 20  
25 Dazu trägt wesentlich bei, daß der Filterkuchen durch die Zuführung der Reaktionslösung von unten ständig mit Flüssigkeit geflutet wird. Das Auftreten von Rissen führt

25.07.81

4  
- 3 -

deshalb nicht zu unbenetzten Stellen im Filterkuchen.

Besonders bewährt hat sich das erfindungsgemäße Verfahren bei der Herstellung von Farbstoffzwischenprodukten. Insbesondere wurden nach diesem Verfahren Dinitroverbindungen von Anthrachinonfarbstoffen hergestellt, die dann im Festbett des Filterkuchens direkt zu entsprechenden Diamidoverbindungen umgesetzt wurden.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren werden erhebliche Einsparungen an Investitions- und Betriebskosten erzielt. In zeitlicher Hinsicht wurde eine Verkürzung erreicht. Produktverluste können weitgehend vermieden werden. Außerdem hat das Verfahren in verfahrenstechnischer Hinsicht den Vorteil, daß der Platzbedarf für die Aufstellung der Apparaturen verringert ist.

Im folgenden wird ein Ausführungsbeispiel der Erfindung im Vergleich zum Stand der Technik anhand von Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen

Figur 1 ein Fließbild für die Umsetzung einer Dinitroverbindung eines Anthrachinonfarbstoffes zur entsprechenden Diamidoverbindung nach dem Stand der Technik und

Figur 2 ein Fließbild für dieselbe Umsetzung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren.

Gemäß Figur 1 wird nach dem bisherigen Verfahren die aus 300 kg 1,1'-Dianthrimid hergestellte und in verdünnter Mischsäure suspendierte Dinitroverbindung (4,4'-Dinitro-1,1'-dianthrochinonyl-amin) durch die Leitung 1 in die

25.07.61

- 5 -

Filterpresse 2 gepumpt und mit kaltem Wasser (Zulauf 3) gewaschen. Die Mutterlauge und das Waschwasser läuft durch die Leitung 4 ab. Als Vorprodukt resultiert ein feuchter Filterkuchen 5. Dieser wird in einen Reaktionsbehälter 6 mit Rührwerk 7 eingebracht und in verdünnter Natronlauge 1500 l Wasser + 200 l NaOH, 50-%ig suspendiert. Als nächster Schritt erfolgt die Zugabe von 1900 l 20-%ige Natriumsulfidlösung als Reaktionsmittel. Die Dinitroverbindung wird bei 80°C über die Monoamido bis zur Diamidoverbindung (4,4'-Diamino-1,1'-dianthrachionylamin) umgesetzt. Nach Ablauf der Reaktion wird die Diamidosuspension durch die Leitung 8 in eine zweite Filterpresse 9 gepumpt. Auch hier wird ähnlich wie in der ersten Stufe der Filterkuchen mit Waschwasser behandelt (Zulauf 10, Ablauf 11). Das fertige Produkt liegt dann als feuchter, leicht alkalischer Preßkuchen 12 vor.

Im Gegensatz dazu wird bei dem neuen Verfahren (Figur 2) nur eine Filterpresse benötigt. Wie bei dem beschriebenen Verfahren wird zunächst die in verdünnter Mischsäure suspendierte Dinitroverbindung (Zulauf 1) in die Filterpresse 2 gepumpt und mit kaltem Wasser bis zu einem pH-Wert 4 bis 5 gewaschen. Der Waschwasserzulauf 3 und der Ablauf 4 sind in gleicher Weise wie bei dem bisherigen Verfahren vorgesehen. Zur vollständigen Neutralisation noch vorhandener Säurenester im Filterkuchen schließt sich eine zweite Wäsche aus dem Behälter 14 über Leitung 16 mit verdünnter, heißer (80°C) Natronlauge 1500 l Wasser + 200 l NaOH, 5-%ig, im Überschuß an. Die über die Leitung 13 ablaufende Waschlauge wird in

25.07.81

6

- 5 -

einem Behälter 14 aufgefangen, durch Beheizung mit Dampf temperiert und mittels der Pumpe 15 über die Leitung 16 in die Filterpresse 2 rezirkuliert. Nach 30 Minuten Kreislaufwäsche mit der verdünnten Natronlauge wird zusätzlich 1900 l 20-%ige Natriumsulfid-Lösung als Reduktionsmittel in den Behälter 14 eingetragen. Diese Reaktionslösung wird nun ca. 3 Stunden durch die Filterpresse 2 umgepumpt. Dabei wird die Dinitroverbindung über die Monoamidoverbindung vollständig zur entsprechenden Diamidoverbindung umgesetzt. Um eine gute anfängliche Benetzung des Filterkuchens in der Filterpresse 2 zu erreichen, ist die Leitung 16 an den Ablaufkanal der Filterpresse angeflanscht. Dadurch kann die Reaktionslösung durch die Druckplatten in die Pressenkammern ein- und durch die Waschplatten und den Waschkanal in Leitung 13 ablaufen. Auf diese Weise kann der Filterkuchen von unten her mit der Reaktionslösung geflutet werden. Im Gegensatz zu dem Verfahren nach Figur 1 bei dem die Reaktion in der Suspension im Reaktor 6 erfolgt, wird bei dem neuen Verfahren die Reaktion im Festbett des Filterkuchens durchgeführt. Die Filterpresse 2 dient also gleichzeitig als Reaktor.

Der durchreagierte Filterkuchen wird mit Wasser bis pH 8 gewaschen. Behälter 14 dient hier lediglich als Vorratsgefäß und Temperiergefäß für die Waschflüssigkeit und das Reaktionsmittel. Durch direkte Beheizung des Behälters 14 mit Dampf wird eine Temperatur von 80°C in der Reaktionslösung und im Filterkuchen aufrechterhalten.

Als Endprodukt resultiert der noch feuchte alkalische Preßkuchen, 17, der nach Trocknung weiterverarbeitet werden kann.



250

31 29 379  
C 09 B 57/00  
25. Juli 1981  
10. Februar 1983

-7-

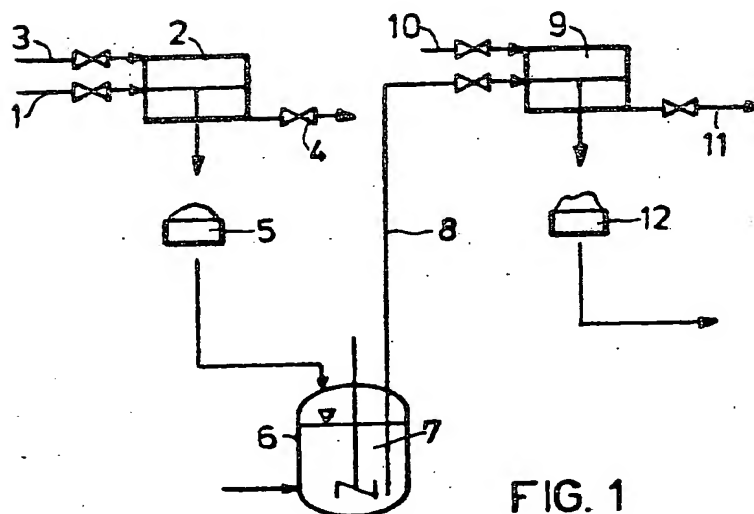


FIG. 1

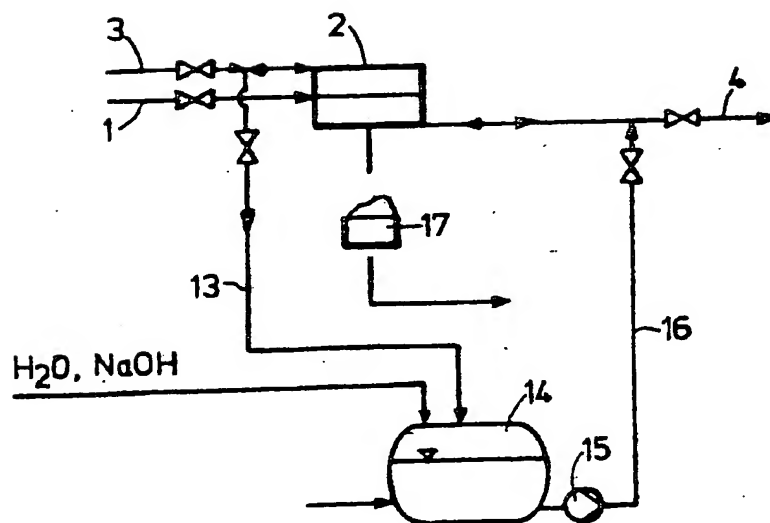


FIG. 2